

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 20 OCT 2003

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 48 765.0

**Anmeldetag:** 18. Oktober 2002

**Anmelder/Inhaber:** Merck Patent GmbH, Darmstadt/DE

**Bezeichnung:** Chirale Dotierstoffe mit lateral alkyliertem  
Phenylbaustein

**IPC:** C 07 C und C 09 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 26. September 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

**Merck Patent Gesellschaft  
mit beschränkter Haftung**

**64271 D a r m s t a d t**

**Chirale Dotierstoffe mit lateral alkyliertem  
Phenylbaustein**

## Chirale Dotierstoffe mit lateral alkyliertem Phenylbaustein

Die vorliegende Erfindung betrifft chirale Dotierstoffe mit lateral alkyliertem Phenylbaustein, sowie flüssigkristalline Medien, die diese Verbindungen enthalten. Ferner betrifft die vorliegende Erfindung Flüssigkristallanzeigen, die die erfindungsgemäßen Flüssigkristallmischungen enthalten.

In den bekannten Flüssigkristallanzeigen werden die Flüssigkristalle, in der Regel flüssigkristalline Gemische, als Dielektrika verwendet, deren optische Eigenschaften sich bei Anlegen einer elektrischen Spannung reversibel ändern. Diese Flüssigkristallanzeigen verwenden verschiedene elektrooptische Effekte. Die gebräuchlichsten hiervon sind der TN-Effekt (Englisch „twisted nematic“), mit einer homogenen, nahezu planaren Ausgangsorientierung der Flüssigkristalle und einer um ca. 90° verdrehten nematischen Struktur), der STN-Effekt (Englisch „supertwisted nematic“) und der SBE-Effekt (Englisch „supertwisted birefringence effect“), die beide, wie auch der TN-Effekt, eine verdrehte, homogene Ausgangsorientierung der Flüssigkristalle verwenden, wobei hier jedoch die Moleküle einen signifikanten Anstellwinkel an der Oberfläche der Substrate (Englisch „surface tilt angle“ kurz „tilt angle“) haben und die Verdrehung (Englisch „twist“) zwischen den Substraten deutlich größer als 90° ist. In dieser Anmeldung werden im folgenden, wenn nicht explizit anders angegeben, der STN-Effekt und der SBE-Effekt beide gemeinsam als STN-Effekt bezeichnet. Der Anstellwinkel an der Oberfläche beträgt bei den STN-Anzeigen typischer Weise zwischen 2° und 10°. Er ist um so höher, je größer der Verdrehungswinkel ist. Die Verdrehungswinkel betragen in der Regel ca. 180° bis 240°, manchmal auch bis 260° oder 270° und in einigen Fällen sogar noch mehr.

Die Verdrehung des Flüssigkristallmediums von mehr als 90° wird durch den Einsatz von chiralen Flüssigkristallmischungen erreicht, deren natürliche Verdrehung entsprechend der Schichtdicke der Flüssigkristallschicht gewählt wird. Hierzu stehen dem Fachmann zwei Möglichkeiten zur Verfügung. Die erste besteht in der Verwendung von Flüssigkristallen, die selbst chiral sind, also von cholesterischen Flüssigkristallen. Solche Flüssigkristalle besitzen selbst eine verdrehte

Struktur. In einer homogen orientierten Anordnung zwischen zwei Substraten, die Grand-Jean Textur genannt wird, ist der Direktor der Moleküle in vertikaler Richtung, also über die Dicke der Schicht, schraubenförmig verdrillt.

5

Die charakteristische Länge für eine komplette Drehung um  $360^\circ$  wird der cholesterische Pitch (P) genannt. Die Verwendung cholesterischer Flüssigkristalle ist jedoch oft nicht besonders vorteilhaft, da der cholesterische Pitch cholesterischer Flüssigkristalle sich nicht einfach an die Schichtdicken der üblicherweise verwendeten Zellen der Anzeigen anpassen läßt. Zusätzlich hängt der cholesterische Pitch dieser Flüssigkristalle oft in unvorteilhafter Weise und in vielen Fällen stark von der Temperatur ab. Auch führt eine Veränderung der Zusammensetzung der Mischungen meist zu starken Änderungen des cholesterischen Pitches.

10

15

Aus diesem Grunde wird in den meisten praktischen Fällen eine nematische Flüssigkristallmischung mit einer chiralen Substanz versetzt, die die gewünschte Verdrillung induziert. Hierbei ist es nicht besonders wesentlich, ob diese Verbindung selbst eine Mesophase aufweist. Wichtiger ist vielmehr, dass sie ein hohes Verdrillungsvermögen für die nematische Basismischung (auch Wirtsmischung, Englisch „host mixture“ genannt) besitzt und dass sie in den üblicherweise eingesetzten Konzentrationen die Eigenschaften der Basismischung, insbesondere deren Klärpunkt, nicht zu stark verändert. Somit werden in der Regel bevorzugt Verbindungen eingesetzt, die selbst eine mesogene Struktur aufweisen oder sogar cholesterisch sind.

20

25

Die cholesterischen Phasen, die durch Zugabe chiraler Substanzen zu nematischen Flüssigkristallen induziert werden, werden oft als chiral nematische Phasen bezeichnet. In der vorliegenden Anmeldung werden jedoch auch diese als cholesterische Phasen bezeichnet, wenn nicht explizit anders angegeben.

30

35

Der cholesterische Pitch, der durch Zugabe chiraler Substanzen (Dotierstoffe) zu nematischen Flüssigkristallen induziert wird, hängt bei

gegebenen Temperatur, neben der Enantiomerenreinheit des chiralen Dotierstoffs, insbesondere von der eingesetzten Konzentration des Dotierstoffs (c) und von dessen Verdrillungsvermögen ab. Dieses Verdrillungsvermögen wird HTP (von Englisch „helical twisting power“) genannt. In erster Näherung ist der induzierte cholesterische Pitch (P) umgekehrt proportional zum Produkt aus HTP und eingesetzter Konzentration des Dotierstoffs, wie in Gleichung (1) gezeigt.

$$P = (\text{HTP} \cdot c)^{-1} \quad (1)$$

Bei STN-Anzeigen werden typischerweise Flüssigkristallmischungen mit einem Verhältnis des cholesterischen Pitches zur Schichtdicke (d/P) im Bereich von 0,4 bis 0,8, oft von ca. 0,5 verwendet.

Aber auch in TN-Anzeigen werden chirale Flüssigkristallmischungen verwendet, hier zur Vermeidung der Verdrillung mit dem umgekehrten Drehsinn (Englisch „reverse twist“). Deren Auftreten würde zur Bildung von Domänen und damit zu einer Verringerung des Kontrasts führen. Bei TN-Anzeigen werden in der Regel cholesterische Flüssigkristallmischungen mit einem deutlich kleineren d/P-Verhältnis verwendet, als in STN-Anzeigen, da größere d/P-Werte in den meisten Fällen zu einer Erhöhung der Schwellenspannung führen. Typischer Weise betragen die Werte hier ca. 0,01 bis 0,3, oft ca. 0,1.

Neben diesen Anzeigetypen gibt es weitere Flüssigkristallanzeigen, die mit chiralen Verbindungen dotierte Flüssigkristallmischungen verwenden.

Als chirale Dotierstoffe sind z.B. die Verbindungen C15, CB15, R-811 und S-811, R-1011 und S-1011, sowie R-2011 und S-2011, alle Merck KGaA bekannt.

Bei diesen und ähnlichen elektrooptischen Effekten werden flüssigkristalline Medien mit positiver dielektrischer Anisotropie ( $\Delta\epsilon$ ) verwendet.

Neben den genannten elektrooptischen Effekten, welche Flüssigkristallmedien mit positiver dielektrischer Anisotropie benötigen, gibt es andere

elektrooptische Effekte welche Flüssigkristallmedien mit negativer dielektrischer Anisotropie verwenden, wie z.B. der ECB-Effekt („Electrically Controlled Birefringence“) und seine Unterformen DAP („Deformation of Aligned Phases“), VAN („Vertically Aligned Nematics“) und CSH („Colour Super Homeotropics“). Bei diesen und ähnlichen elektrooptischen Effekten werden flüssigkristalline Medien mit negativer dielektrischer Anisotropie ( $\Delta\epsilon$ ) verwendet.

Ein elektrooptischer Effekt mit hervorragender, kleiner Blickwinkelabhängigkeit des Kontrasts verwendet axial symmetrische Micropixel (ASM von Englisch „Axially Symmetric Micro Pixel“). Bei diesem Effekt ist der Flüssigkristall jedes Pixels zylinderförmig von einem Polymermaterial umgeben. Dieser Mode eignet sich besonders zur Kombination mit der Adressierung durch Plasmakanäle. So lassen sich insbesondere großflächige PA LCDs mit guter Blickwinkelabhängigkeit des Kontrasts realisieren.

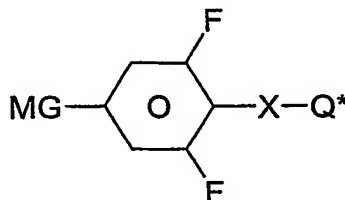
Der in letzter Zeit verstärkt eingesetzte IPS-Effekt („In Plane Switching“) kann sowohl dielektrisch positive wie auch dielektrisch negative Flüssigkristallmedien verwenden, ähnlich wie auch „guest host“-Anzeigen also Gast/Wirt-Anzeigen, die Farbstoffe je nach verwandtem Anzeigemodus entweder in dielektrisch positiven oder in dielektrisch negativen Medien einsetzen können.

Die Bildpunkte der Flüssigkristallanzeigen können direkt angesteuert werden, zeitsequentiell, also im Zeitmultiplexverfahren oder mittels einer Matrix von aktiven, elektrisch nichtlinearen Elementen angesteuert werden.

Die bislang gebräuchlichsten AMDs (Englisch „active matrix displays“) verwenden diskrete aktive elektronische Schaltelemente, wie z. B. dreipolige Schaltelemente wie MOS (Englisch „metal oxide silicon“) Transistoren oder Dünnschichttransistoren (TFTs von Englisch „thin film transistors“) oder Varistoren oder 2-polige Schaltelemente wie z.B. MIMs (Englisch „metall insulator metal“) Dioden, Ringdioden oder „back to back“-Dioden. Bei den TFTs werden verschiedene Halbleitermaterialien,

überwiegend Silizium oder auch Cadmiumselenid, verwendet.  
Insbesondere wird amorphes Silizium oder polykristallines Silizium verwendet.

- 5 So werden in der DE 43 22 905 A1 chirale 2,6-Difluorbenzol-Derivate der Formel:



10

offenbart,

worin

15

MG eine Estergruppen-freie, mesogene Gruppe,  
X O oder CH<sub>2</sub>, und  
Q\* einen chiralen Rest mit mindestens einem chiralen C-Atom

20

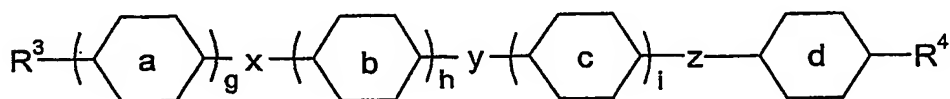
bedeuten.

Der Einsatz dieser Derivate als Dotierstoff in geneigt smektischen Flüssigkristallphasen führt schon bei geringen Zumischungen zu einer starken Verdrillung in der cholesterischen Phase. Offenbart werden auch elektrooptische Anzeigen enthaltend diese flüssigkristallinen Medien.

25

In der EP 0 609 566 A1 werden ebenfalls flüssigkristalline Zusammensetzungen offenbart, die chirale Verbindungen der Formel

30



enthalten, worin die Ringe

35

a, b, c und d unabhängig voneinander trans-1,4-Cyclohexylen, 1-Cyclohexen-1,4-diyl oder 1,4-Phenylen,

g, h und i jeweils 0 oder 1, mit  $(g + h + i) \geq 1$ ,

x, y und z unabhängig voneinander eine Einfachbindung,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  
 $-\text{CH}=\text{CH}-$ ,  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,  $-\text{OCH}_2-$  oder  $-\text{CH}_2\text{O}-$ ,

$\text{R}^3$  und  $\text{R}^4$  unabhängig voneinander  $\text{H}$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}-$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}-\text{O}-$ ,  
 $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}-\text{O}-\text{C}_k\text{H}_{2k}-$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}-$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}-\text{O}-$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}-\text{O}-\text{C}_k\text{H}_{2k}-$ ,  
 $\text{C}_n\text{H}_{2n-3}-$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n-3}-\text{O}-$ ,  $\text{C}_n\text{H}_{2n-3}-\text{O}-\text{C}_k\text{H}_{2k}-$ , und

n und k unabhängig voneinander eine ganze Zahl von 1 bis 18, mit  
 $(n + k) \leq 18$ ,

bedeuten,

wobei zumindest ein H-Atom in der Formel durch ein F-Atom ersetzt sein  
kann und zumindest einer der Reste  $\text{R}^3$ ,  $\text{R}^4$ , x, y und z ein asymmetrisches  
Kohlenstoffatom aufweist.

Nachteilig an den aus dem Stand der Technik bekannten chiralen  
Dotierstoffen ist, dass sie nur zu einer unzureichenden Verdrillung in  
LC-Mischungen führen und darüber hinaus die Eigenschaften der  
LC-Mischungen negativ beeinflussen.

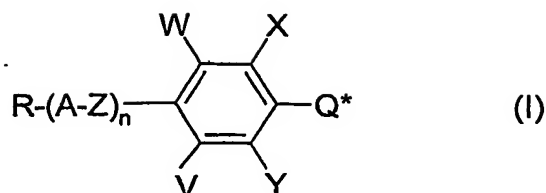
Ausgehend von dem genannten Stand der Technik kann es als Aufgabe  
der vorliegenden Erfindung angesehen werden, neue, dem Stand der  
Technik überlegene, chirale Dotierstoffe, insbesondere für TFT-LC-  
Mischungen, bereitzustellen, welche vorzugsweise die Eigenschaften des  
LC-Materials nicht negativ beeinflussen.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass die erfindungsgemäßen  
alkylsubstituierten Dotierstoffe eine deutlich höhere Drehkraft (HTP)  
aufweisen, als die entsprechenden H- oder F-substituierten Verbindungen.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit chirale Dotierstoffe mit  
lateral alkyliertem Phenylbaustein der allgemeinen Formel I:



- 7 -



5

worin:

10

Q\*: ein Baustein mit asymmetrischem C-Atom,

15

R: -H, einen unsubstituierten oder einen mindestens einfach durch Halogen substituierten Alkyl- oder Alkenylrest mit 1 bis 12 C-Atomen, worin auch eine oder mehrere nicht benachbarte  $-\text{CH}_2-$  Gruppen durch  $-\text{O}-$  oder  $-\text{S}-$  und/oder  $-\text{C}\equiv\text{C}-$  ersetzt sein können, sowie F oder Cl,

20

A: unabhängig voneinander eine Einfachbindung, 1,4-Phenylen, worin auch ein oder mehrere H-Atome gegen F ersetzt sein können, 1,4-Cyclohexylen, worin auch eine oder zwei  $\text{CH}_2$ -Gruppen durch  $-\text{O}-$  ersetzt sein können, oder 1,4-Bicyclo(2.2.2)octanyl,

25

Z: unabhängig voneinander eine Einfachbindung,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  $-\text{OCH}_2-$ ,  $-\text{CH}_2\text{O}-$ ,  $-\text{CF}_2\text{O}-$ ,  $-\text{OCF}_2-$ ,  $-\text{CF}_2\text{CF}_2-$  oder  $-\text{C}\equiv\text{C}-$ ,

30

V, W: unabhängig voneinander, lineares oder verzweigtes, unsubstituiertes oder einfach bzw. mehrfach durch Halogen substituiertes Alkyl oder Alkyloxy mit 1 bis 12 C-Atomen, H, F oder Cl,

35

X, Y: unabhängig voneinander, lineares oder verzweigtes, unsubstituiertes oder einfach bzw. mehrfach durch Halogen substituiertes Alkyl oder Alkyloxy mit o bzw. p C-Atomen, wobei o bzw. p unabhängig voneinander, gleich oder verschieden, ganze Zahlen im Bereich von 1 bis 12 sind, H,

F, Cl, wobei im Falle von H, F und Cl o bzw. p = 0 ist, oder Trimethylsilyl, und

n: 1 bis 3, vorzugsweise 2 oder 3,

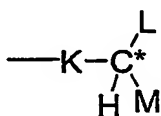
bedeuten,

mit der Maßgabe, dass X und/oder Y entweder ein unsubstituierter oder ein Halogen substituierter Alkyl- oder Alkyloxyrest mit o bzw. p C-Atomen, wobei die Summe o + p  $\geq 2$  ist, oder ein Trimethylsilylrest ist.

Bevorzugt sind Strukturen, bei denen das chirale Zentrum nicht weiter als 3 Bindungen (oder 2 Atome) vom ortho-alkylierten Aromaten entfernt ist.

Des weiteren bevorzugt sind Strukturen welche keine hydrolysierbaren Bausteine wie etwa Esterbrücken enthalten.

Bevorzugt als Baustein Q\* mit asymmetrischem C-Atom ist ebenfalls:



worin:

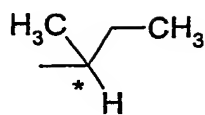
K: -CH<sub>2</sub>-, -O-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -OCH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>O-, -OCF<sub>2</sub>-, -CF<sub>2</sub>O-, -C $\equiv$ C-, -CH=CH- oder eine Einfachbindung, und

L, M: Alkyl, Cycloalkyl, O-Alkyl, Alkenyl, Alkynyl oder Aryl, wobei L ungleich M sein muss,

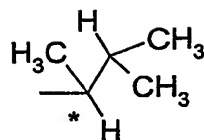
bedeuten.

Besonders bevorzugt als Baustein Q\* mit asymmetrischem C-Atom sind:

- 9 -

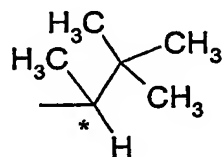


(a)

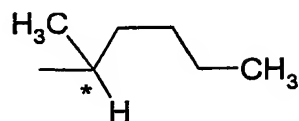


(b)

5

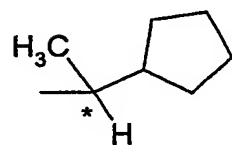


(c)

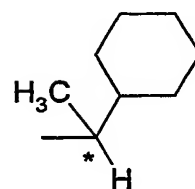


(d)

10

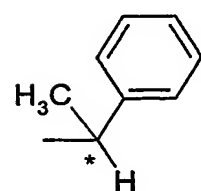


(e)

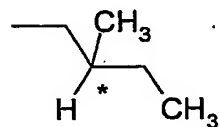


(f)

15

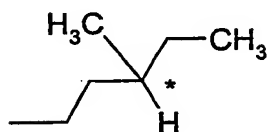


(g)

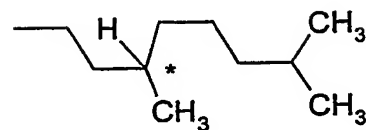


(h)

20

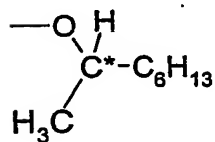


(i)

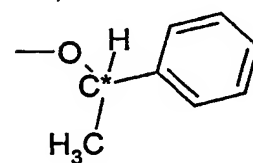


(k)

25

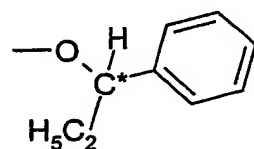


(m)

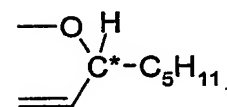


(n)

30



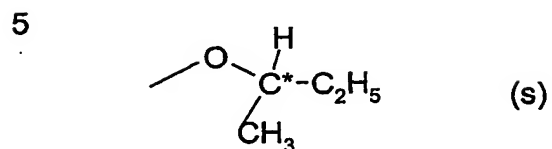
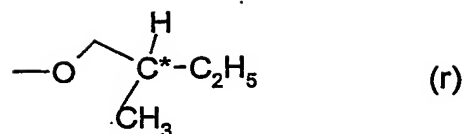
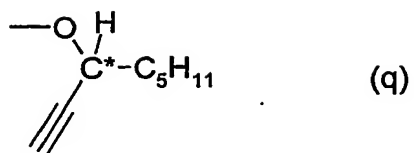
(o)



(p)

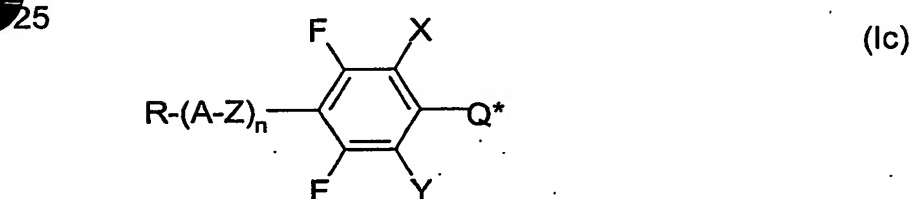
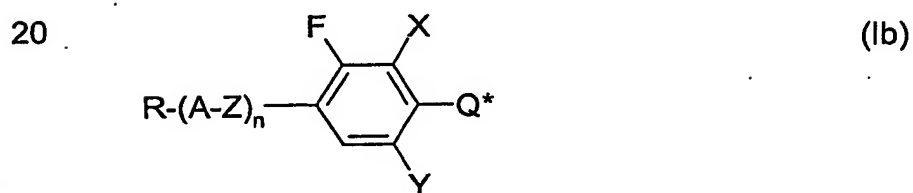
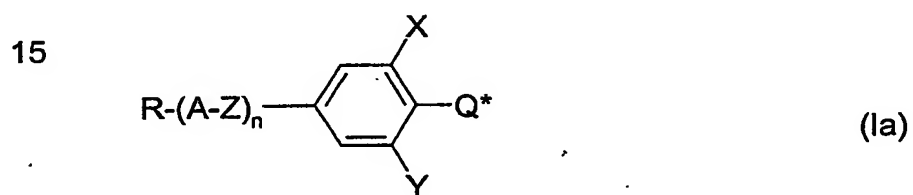
35

- 10 -

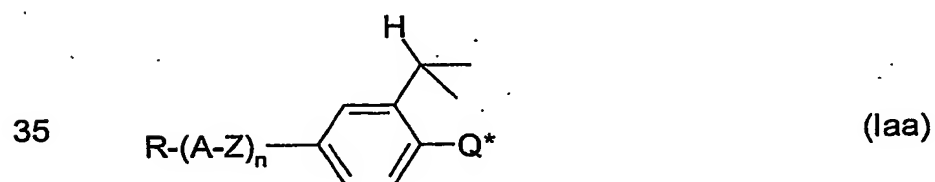


Insbesondere bevorzugt sind die genannten Bausteine (h), (i), (m), (r) und (s).

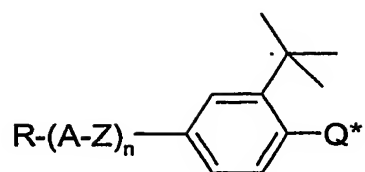
Bevorzugt sind chirale Dotierstoffe mit folgendem Grundkörper:



wobei die folgenden Strukturen besonders bevorzugt sind:

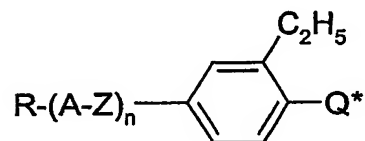


5



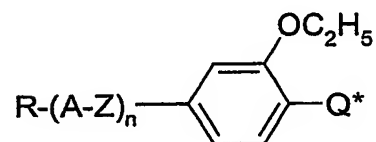
(lab)

10



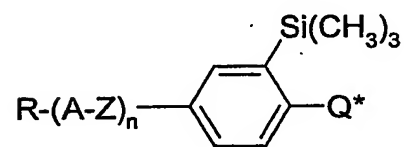
(lac)

15



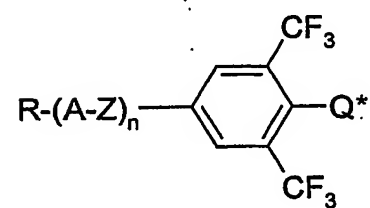
(lad)

20



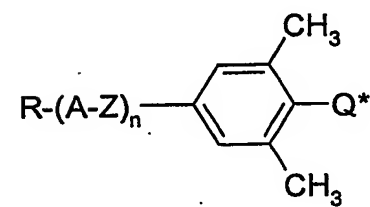
(lae)

25



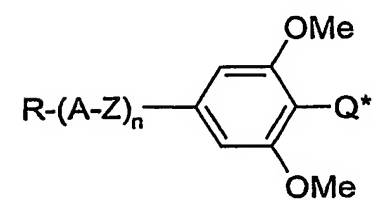
(laf)

30

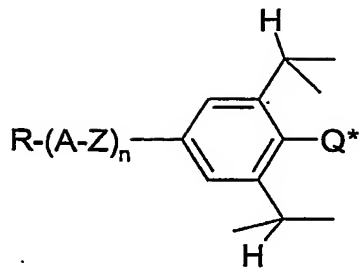


(lag)

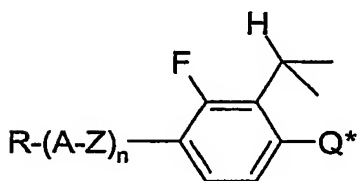
35



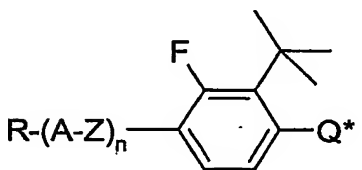
(lah)



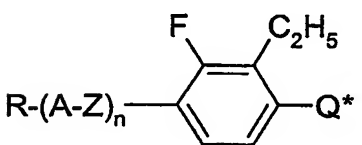
(lai)



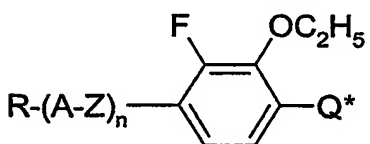
(lba)



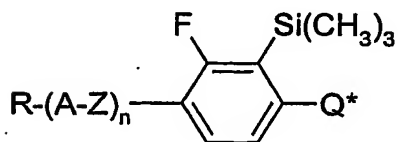
(lbb)



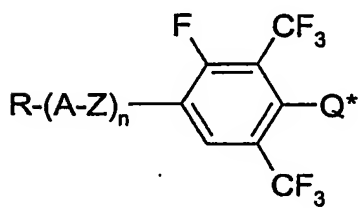
(lbc)



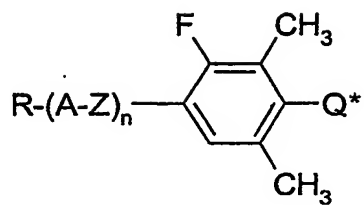
(lbd)



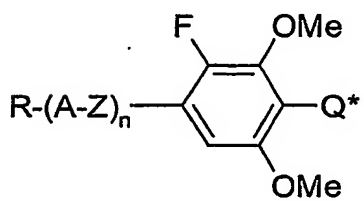
(lbe)



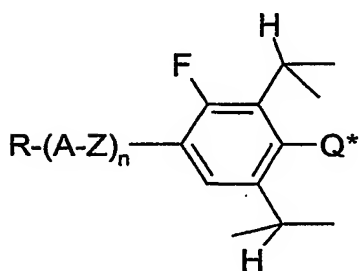
(lbf)



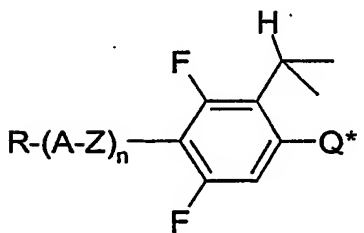
(lbg)



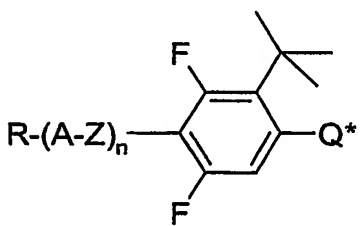
(lbh)



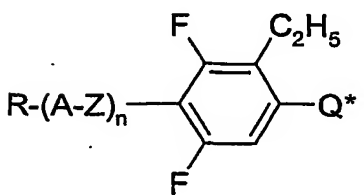
(lbi)



(lca)

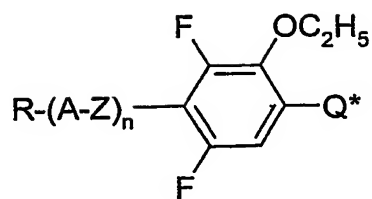


(lcb)



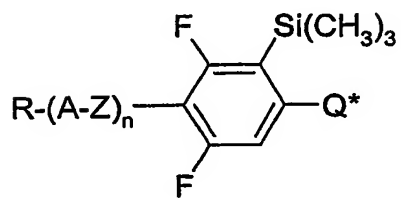
(lcc)

35



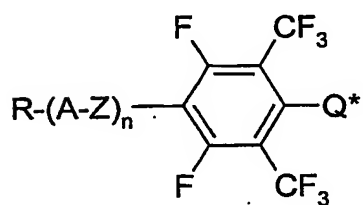
(lcd)

5



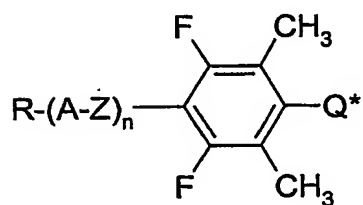
(lce)

10



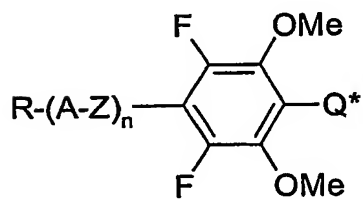
(lcf)

15



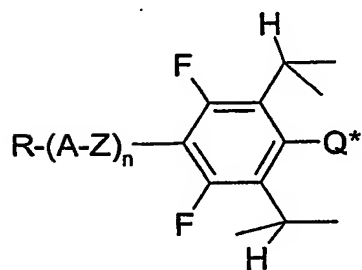
(lcg)

20



(lch)

25



(lci)

30

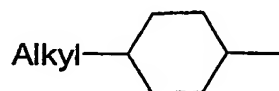
35

Insbesondere bevorzugt sind die genannten Bausteine (lab), (lac), (lag) und (lbe).

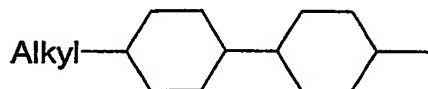


Bevorzugt als Baustein R-(A-Z)<sub>n</sub> sind:

5

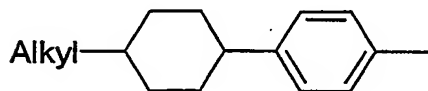


(1)



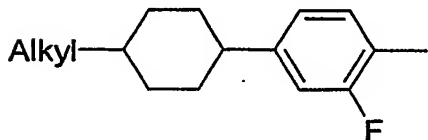
(2)

10



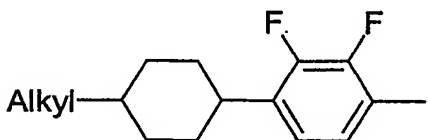
(3)

15



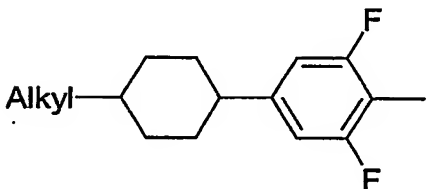
(4)

20



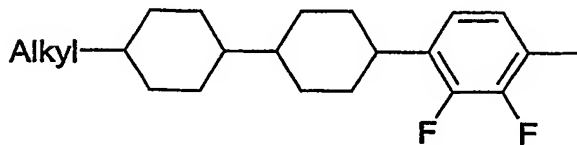
(5)

25



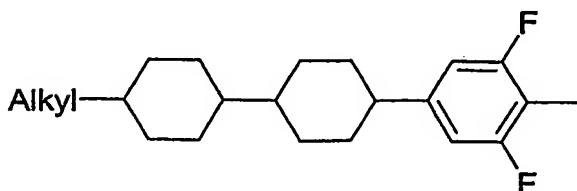
(6)

30

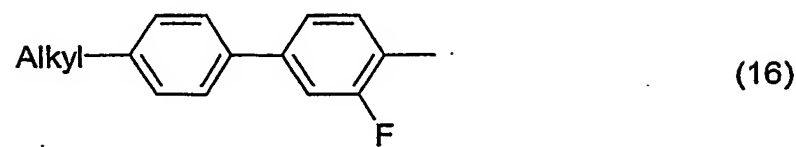
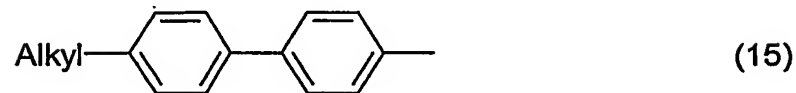
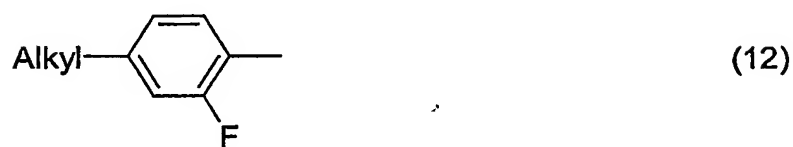
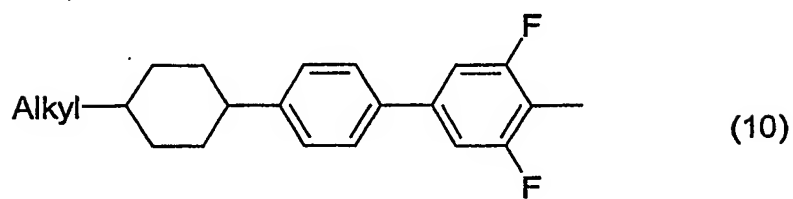
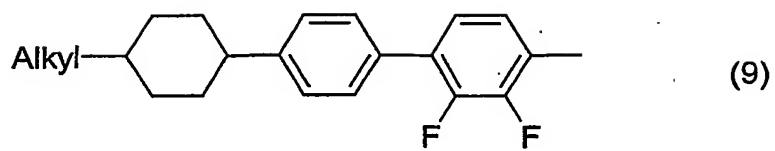


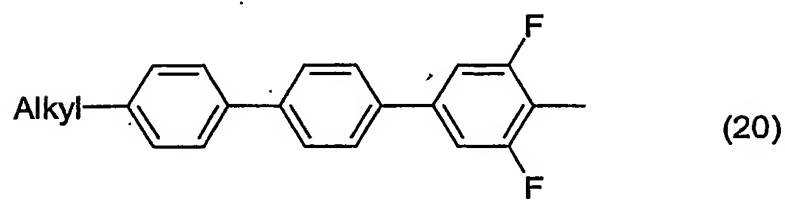
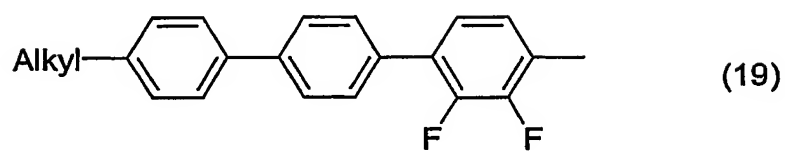
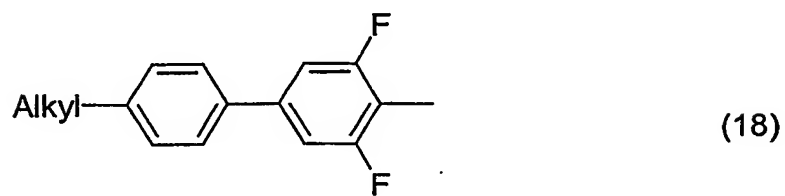
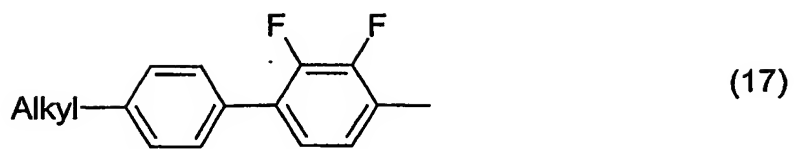
(7)

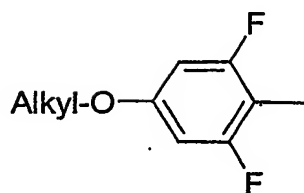
35



(8)





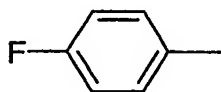


(24)

5

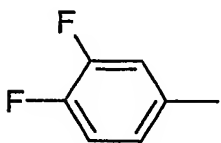
wobei Alkyl ein Alkylrest mit 1 bis 12 C-Atomen bedeutet, der geradkettig oder verzweigt sein kann. Vorzugsweise ist er geradkettig, hat 1, 2, 3, 4, 5, 6 oder 7 C-Atome und ist demnach vorzugsweise Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl oder Heptyl;

10



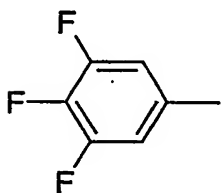
(25)

15



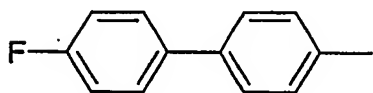
(26)

20



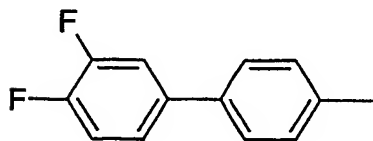
(27)

25



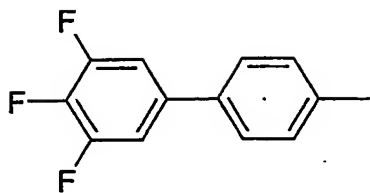
(28)

30

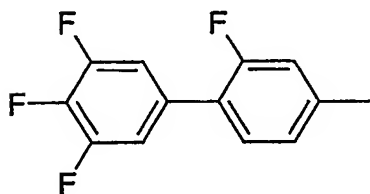


(29)

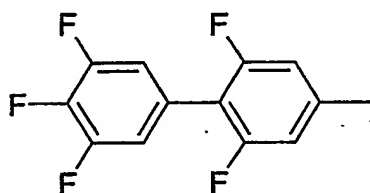
35



(30)



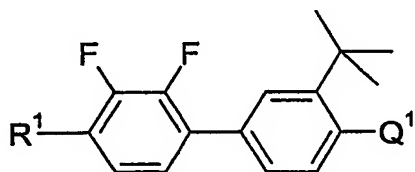
(31)



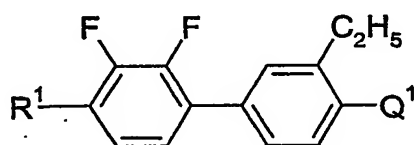
(32)

Besonders bevorzugt als Bausteine  $R-(A-Z)_n$  sind die genannten Gruppen (2) bis (10), (15) bis (20) und (28) bis (32) und insbesondere die Gruppen (5), (7), (9), (17) und (19).

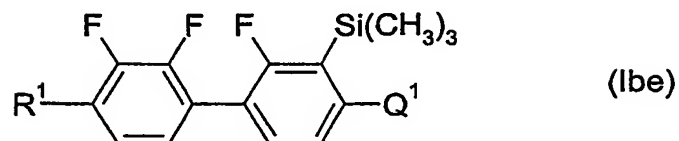
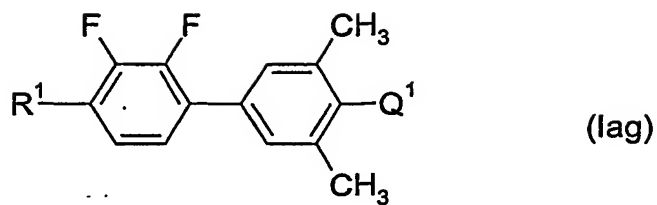
Besonders bevorzugt als chirale Dotierstoffe mit lateral alkyliertem Phenylbaustein sind die folgenden Verbindungen:



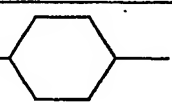
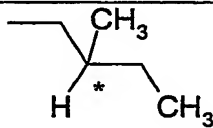
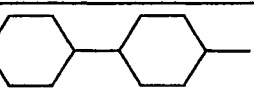
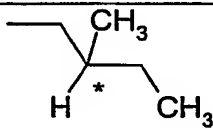
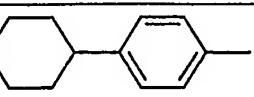
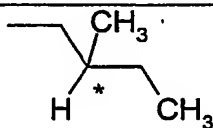
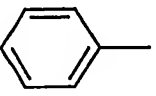
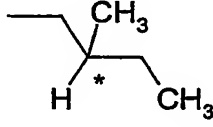
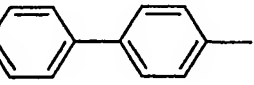
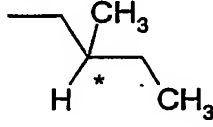
(lab)

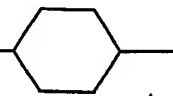
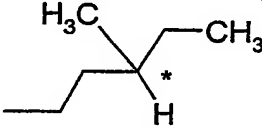

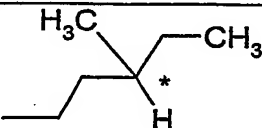
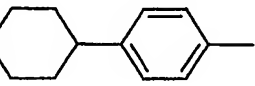
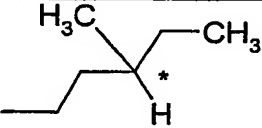
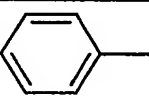
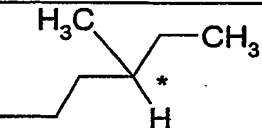
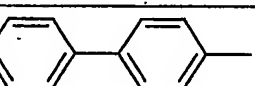
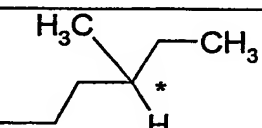
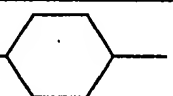
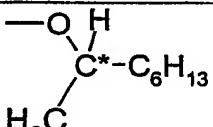
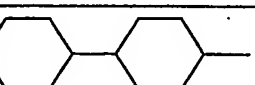
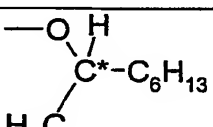
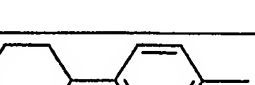
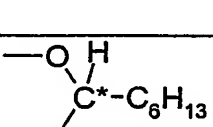


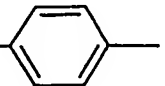
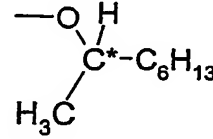
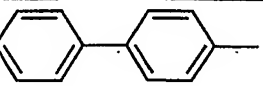
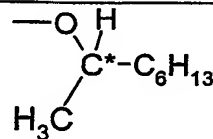
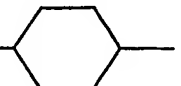
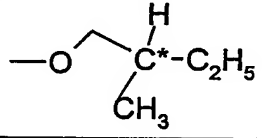

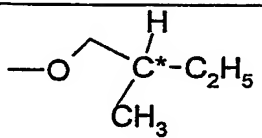
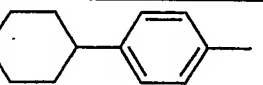
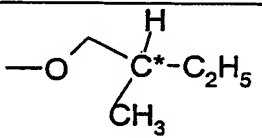
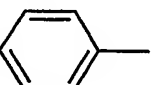
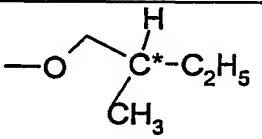
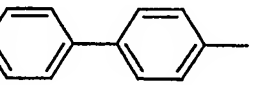
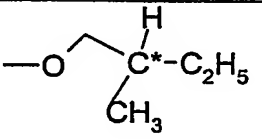
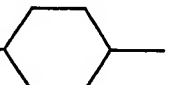
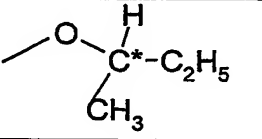
(lac)



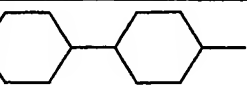
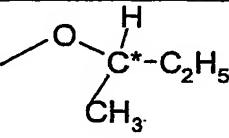
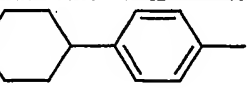
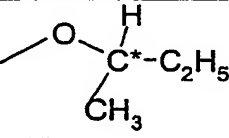
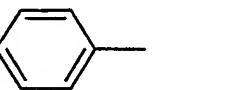
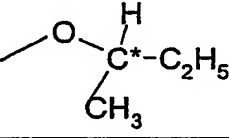
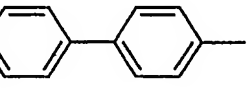
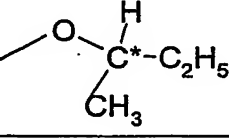
mit

R¹		Q¹	
Alkyl- 	(5')		(h)
Alkyl- 	(7')		(h)
Alkyl- 	(9')		(h)
Alkyl- 	(17')		(h)
Alkyl- 	(19')		(h)

Alkyl- 	(5')		(i)
Alkyl- 	(7')		(i)
Alkyl- 	(9')		(i)
Alkyl- 	(17')		(i)
Alkyl- 	(19')		(i)
Alkyl- 	(5')		(m)
Alkyl- 	(7')		(m)
Alkyl- 	(9')		(m)

Alkyl- 	(17')		(m)
Alkyl- 	(19')		(m)
Alkyl- 	(5')		(r)
Alkyl- 	(7')		(r)
Alkyl- 	(9')		(r)
Alkyl- 	(17')		(r)
Alkyl- 	(19')		(r)
Alkyl- 	(5')		(s)



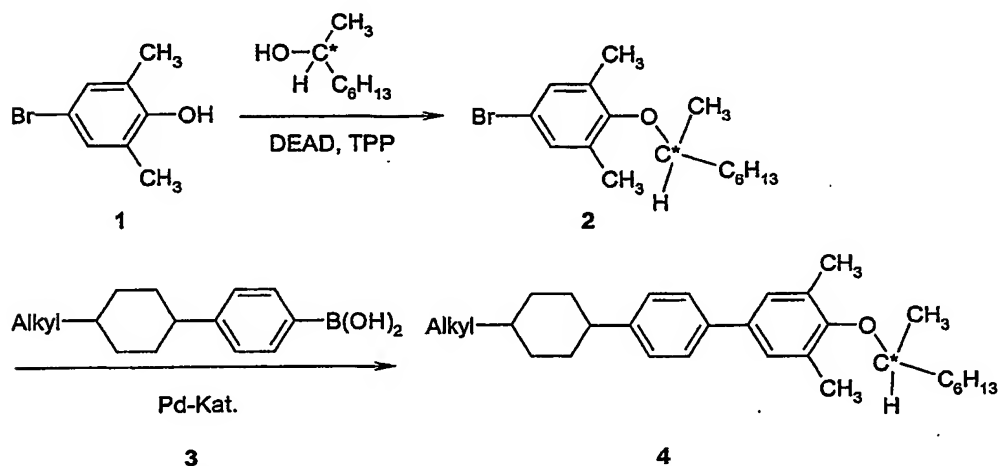
Alkyl- 	(7')		(s)
Alkyl- 	(9')		(s)
Alkyl- 	(17')		(s)
Alkyl- 	(19')		(s)

wobei Alkyl ein geradkettiger Alkylrest mit 1 bis 7 C-Atomen bedeutet und demnach Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl oder Heptyl, besonders bevorzugt Propyl, ist.

V, W, X, Y in der allgemeinen Formel I kann jeweils unabhängig voneinander ein Alkylrest und/oder ein Alkoxyrest mit 1 bis 12 C-Atomen sein, der geradkettig oder verzweigt sein kann. Vorzugsweise ist er geradkettig, hat 1, 2, 3, 4, 5, 6 oder 7 C-Atome und ist demnach vorzugsweise Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Methoxy, Ethoxy, Propoxy, Butoxy, Pentoxy, Hexoxy oder Heptoxy.

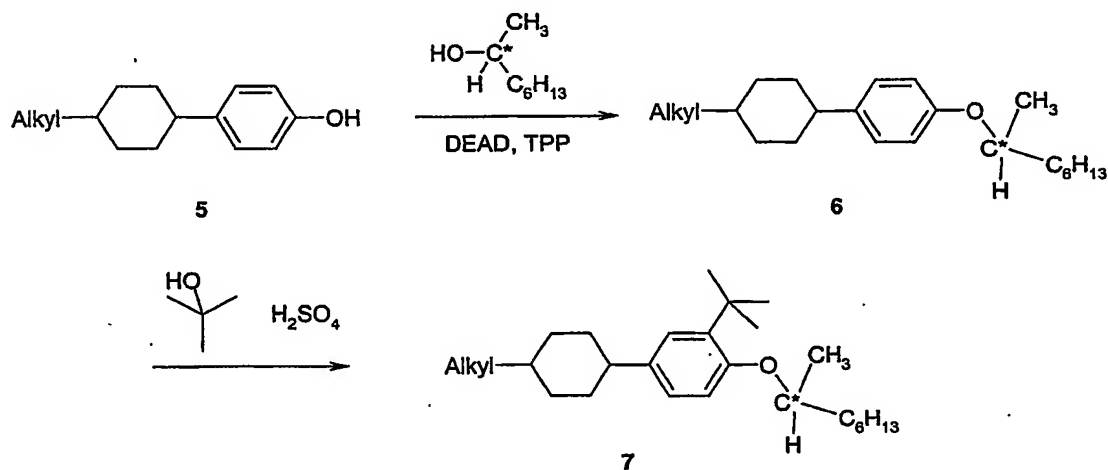
Die Verbindungen der Formel I werden nach an sich bekannten Methoden hergestellt, wie sie in der Literatur (z.B. in den Standardwerken wie Houben-Weyl, Methoden der Organischen Chemie, Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart) beschrieben sind, und zwar unter Reaktionsbedingungen, die für die genannten Umsetzungen bekannt und geeignet sind. Dabei kann man auch von an sich bekannten, hier nicht näher erwähnten Varianten Gebrauch machen.

Die besonders bevorzugten Verbindungen der Formel (Ia<sub>g</sub>), worin Q\* die bevorzugte Struktur (m) und R-(A-Z)<sub>n</sub> die bevorzugte Struktur (3) ist, werden gemäß Schema 1 hergestellt:



Schema 1

Die besonders bevorzugten Verbindungen der Formel (Ia<sub>b</sub>), worin Q\* die bevorzugte Struktur (m) und R-(A-Z)<sub>n</sub> die bevorzugte Struktur (1) ist, werden gemäß Schema 2 hergestellt:



Schema 2

Die Verbindungen der Formel I finden Verwendung als Komponenten flüssigkristalliner Phasen, vorzugsweise nematischer, flüssigkristalliner Phasen, z.B. zur Vermeidung von reverse twist.

5 Besonders bevorzugt werden die Verbindungen der Formel I als Dotierstoffe für nematische, flüssigkristalline Phasen für STN und Aktivmatrixanzeigen eingesetzt. Hierbei zeichnen sie sich insbesondere durch hohe „helical twisting power“ (HTP) und durch hohe „voltage holding ratios“ aus. Insbesondere lassen sich solche dotierten, nematischen Mischungen leicht durch Behandeln mit Aluminiumoxid aufreinigen, wobei kein oder kaum Verlust am chiralen Dotierstoff auftritt.

10 Des weiteren lassen sich mit Hilfe der erfindungsgemäßen chiralen Derivate flüssigkristalline Medien für sogenannte „phase change“ Displays herstellen (z.B. Y. Yabe et al., SID 1991 Digest 261-264).

15 Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit auch die Verwendung der erfindungsgemäßen chiralen Dotierstoffe in flüssigkristallinen Mischungen vorzugsweise zur Erzeugung einer Verdrillung.

20 Ebenfalls Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit flüssigkristalline Mischungen enthaltend mindestens einen erfindungsgemäßen chiralen Dotierstoff der Formel I.

25 Die erfindungsgemäßen, flüssigkristallinen Mischungen enthalten etwa 0,01 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,05 bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,1 bis 10 Gew.-% und besonders bevorzugt 0,1 bis 5 Gew.-% einer oder mehrerer Verbindungen der Formel I.

30 Die wichtigsten als weitere Bestandteile erfindungsgemäßer Medien in Frage kommenden Verbindungen lassen sich durch die Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 charakterisieren:

	R'-L-E-R"	1
	R'-L-COO-E-R"	2
	R'-L-OOC-E-R"	3
35	R'-L-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -E-R"	4
	R'-L-C≡C-E-R"	5

In den Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 bedeuten L und E, die gleich oder verschieden sein können, jeweils unabhängig voneinander einen bivalenten Rest aus der aus -Phe-, -Cyc-, -Phe-Phe-, -Phe-Cyc-, -Cyc-Cyc-, -Pyr-, -Dio-, -G-Phe- und -G-Cyc- sowie deren Spiegelbilder gebildeten Gruppe, wobei Phe unsubstituiertes oder durch Fluor substituiertes 1,4-Phenyl, Cyc trans-1,4-Cyclohexylen oder 1,4-Cyclohexenyl, Pyr Pyrimidin-2,5-diyl oder Pyridin-2,5-diyl, Dio 1,3-Dioxan-2,5-diyl und G 2-(trans-1,4-Cyclohexyl)-ethyl, Pyrimidin-2,5-diyl, Pyridin-2,5-diyl oder 1,3-Dioxan-2,5-diyl bedeuten.

Vorzugsweise ist einer der Reste L und E Cyc, Phe oder Pyr. E ist vorzugsweise Cyc, Phe oder Phe-Cyc. Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Medien eine oder mehrere Komponenten ausgewählt aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5, worin L und E ausgewählt sind aus der Gruppe Cyc, Phe und Pyr und gleichzeitig eine oder mehrere Komponenten ausgewählt aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5, worin einer der Reste L und E ausgewählt ist aus der Gruppe Cyc, Phe und Pyr und der andere Rest ausgewählt ist aus der Gruppe -Phe-Phe-, -Phe-Cyc-, -Cyc-Cyc-, -G-Phe- und -G-Cyc-, und gegebenenfalls eine oder mehrere Komponenten ausgewählt aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5, worin die Reste L und E ausgewählt sind aus der Gruppe -Phe-Cyc-, -Cyc-Cyc-, -G-Phe- und -G-Cyc-.

R' und/oder R" bedeuten jeweils unabhängig voneinander Alkyl, Alkenyl, Alkoxy, Alkoxyalkyl, Alkenyloxy oder Alkanoyloxy mit bis zu 8 C-Atomen, -F, -Cl, -CN, -NCS,  $-(O)_iCH_3-(CH_2)_kF_kCl_i$ , wobei i 0 oder 1 und k und 1, 2 oder 3 sind.

R' und R" bedeuten in einer kleineren Untergruppe der Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 jeweils unabhängig voneinander Alkyl, Alkenyl, Alkoxy, Alkoxyalkyl, Alkenyloxy oder Alkanoyloxy mit bis zu 8 Kohlenstoffatomen. Im folgenden wird diese kleinere Untergruppe Gruppe A genannt und die Verbindungen werden mit den Teilformeln 1a, 2a, 3a, 4a und 5a bezeichnet. Bei den meisten dieser Verbindungen sind R' und R" vonein-

ander verschieden, wobei einer dieser Reste meist Alkyl, Alkenyl, Alkoxy oder Alkoxyalkyl ist.

5 In einer anderen als Gruppe B bezeichneten kleineren Untergruppe der Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 bedeutet R" -F, -Cl, -NCS oder  $-(O)_i CH_3-(k+l) F_k Cl_l$ , wobei i 0 oder 1 und k und l 1, 2 oder 3 sind; die Verbindungen, in denen R" diese Bedeutung hat, werden mit den Teilformeln 1b, 2b, 3b, 4b und 5b bezeichnet. Besonders bevorzugt sind  
10 solche Verbindungen der Teilformeln 1b, 2b, 3b, 4b und 5b, in denen R" die Bedeutung -F, -Cl, -NCS, -CF<sub>3</sub>, -OCHF<sub>2</sub> oder -OCF<sub>3</sub> hat.

15 In den Verbindungen der Teilformeln 1b, 2b, 3b, 4b und 5b hat R' die bei den Verbindungen der Teilformeln 1a bis 5a angegebene Bedeutung und ist vorzugsweise Alkyl, Alkenyl, Alkoxy oder Alkoxyalkyl.

20 In einer weiteren kleineren Untergruppe der Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 bedeutet R" -CN; diese Untergruppe wird im folgenden als Gruppe C bezeichnet und die Verbindungen dieser Untergruppe werden entsprechend mit Teilformeln 1c, 2c, 3c, 4c und 5c beschrieben. In den Verbindungen der Teilformeln 1c, 2c, 3c, 4c und 5c hat R' die bei den Verbindungen der Teilformeln 1a bis 5a angegebene Bedeutung und ist vorzugsweise Alkyl, Alkoxy oder Alkenyl.

25 Neben den bevorzugten Verbindungen der Gruppen A, B und C sind auch andere Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 mit anderen Varianten der vorgesehenen Substituenten gebräuchlich. Alle diese Substanzen sind nach literaturbekannten Methoden oder in Analogie dazu erhältlich.

30 Bevorzugt sind flüssigkristalline Mischungen enthaltend mindestens einen erfindungsgemäßen chiralen Dotierstoff der Formel I und mindestens eine flüssigkristalline Verbindung der Formeln 1, 2, 3, 4 und/oder 5.

35 Besonders bevorzugt enthalten die erfindungsgemäßen Medien neben erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel I eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus den Gruppen A, B und/oder C.

Die Massenanteile der Verbindungen aus diesen Gruppen an den erfindungsgemäßen Medien sind:

5      Gruppe A:                      0 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 90 Gew.-%, besonders bevorzugt 30 bis 90 Gew.-%

Gruppe B:                      0 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 80 Gew.-%, besonders bevorzugt 10 bis 65 Gew.-%

10      Gruppe C:                      0 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 80 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%

15      wobei die Summe der Massenanteile der in den jeweiligen erfindungsgemäßen Medien enthaltenen Verbindungen aus den Gruppen A und/oder B und/oder C vorzugsweise 5 bis 90 Gew.-% und besonders bevorzugt 10 bis 90 Gew.-% beträgt.

20      Die Herstellung der erfindungsgemäß verwendbaren Flüssigkristallmischungen erfolgt in an sich üblicher Weise. In der Regel wird die gewünschte Menge der in geringerer Menge verwendeten Komponenten in der den Hauptbestandteil ausmachenden Komponenten gelöst, zweckmäßig bei erhöhter Temperatur. Es ist auch möglich, Lösungen der Komponenten in einem organischen Lösungsmittel, z.B. in Aceton, Chloroform oder Methanol, zu mischen und das Lösungsmittel nach Durchmischung wieder zu entfernen, beispielsweise durch Destillation. Weiterhin ist es möglich die Mischungen auf andere herkömmliche Arten, z. B. durch Verwendungen von Vormischungen, z. B. Homologenmischungen oder unter Verwendung von sogenannten "Multi-Bottle"-Systemen herzustellen.

30      Die Dielektrika können auch weitere, dem Fachmann bekannte und in der Literatur beschriebene Zusätze enthalten. Beispielsweise können 0 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 10 Gew.-%, pleochroitische Farbstoffe und/oder chirale Dotierstoffe zugesetzt werden. Die einzelnen zugesetzten Verbindungen werden in Konzentrationen von 0,01 bis 6 Gew.-%, vorzugsweise von 0,1 bis 3 Gew.-% eingesetzt. Dabei werden jedoch die

35

Konzentrationsangaben der übrigen Bestandteile der Flüssigkristallmischungen also der flüssigkristallinen oder mesogenen Verbindungen, ohne Berücksichtigung der Konzentration dieser Zusatzstoffe angegeben.

5

Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind ferner elektrooptische Anzeigeelemente, insbesondere solche Flüssigkristall-, Schalt- und Anzeigevorrichtungen, enthaltend ein flüssigkristallines Medium, Trägerplatten, Elektroden, mindestens eine Orientierungsschicht sowie gegebenenfalls zusätzliche Hilfsschichten, wobei das flüssigkristalline Medium mindestens eine Verbindung der Formel I enthält.

10

Weiterhin Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind elektrooptische Anzeigeelemente mit Aktivmatrixansteuerung, mit nematischen bzw. cholesterischen Phasen, die mindestens eine Verbindung der Formel I enthalten.

15

In der vorliegenden Anmeldung und insbesondere in den folgenden Beispielen sind die Strukturen der Flüssigkristallverbindungen durch Acronyme angegeben, wobei die Transformation in chemische Formeln gemäß folgender Tabellen A und B erfolgt. Alle Reste  $C_nH_{2n+1}$  und  $C_mH_{2m+1}$  sind geradkettige Alkylreste mit n bzw. m C-Atomen. Die Codierung gemäß Tabelle B versteht sich von selbst. In Tabelle A ist nur das Acronym für den Grundkörper angegeben. Im Einzelfall folgt getrennt vom Acronym für den Grundkörper mit einem Strich ein Code für die Substituenten  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $L^1$  und  $L^2$ :

20

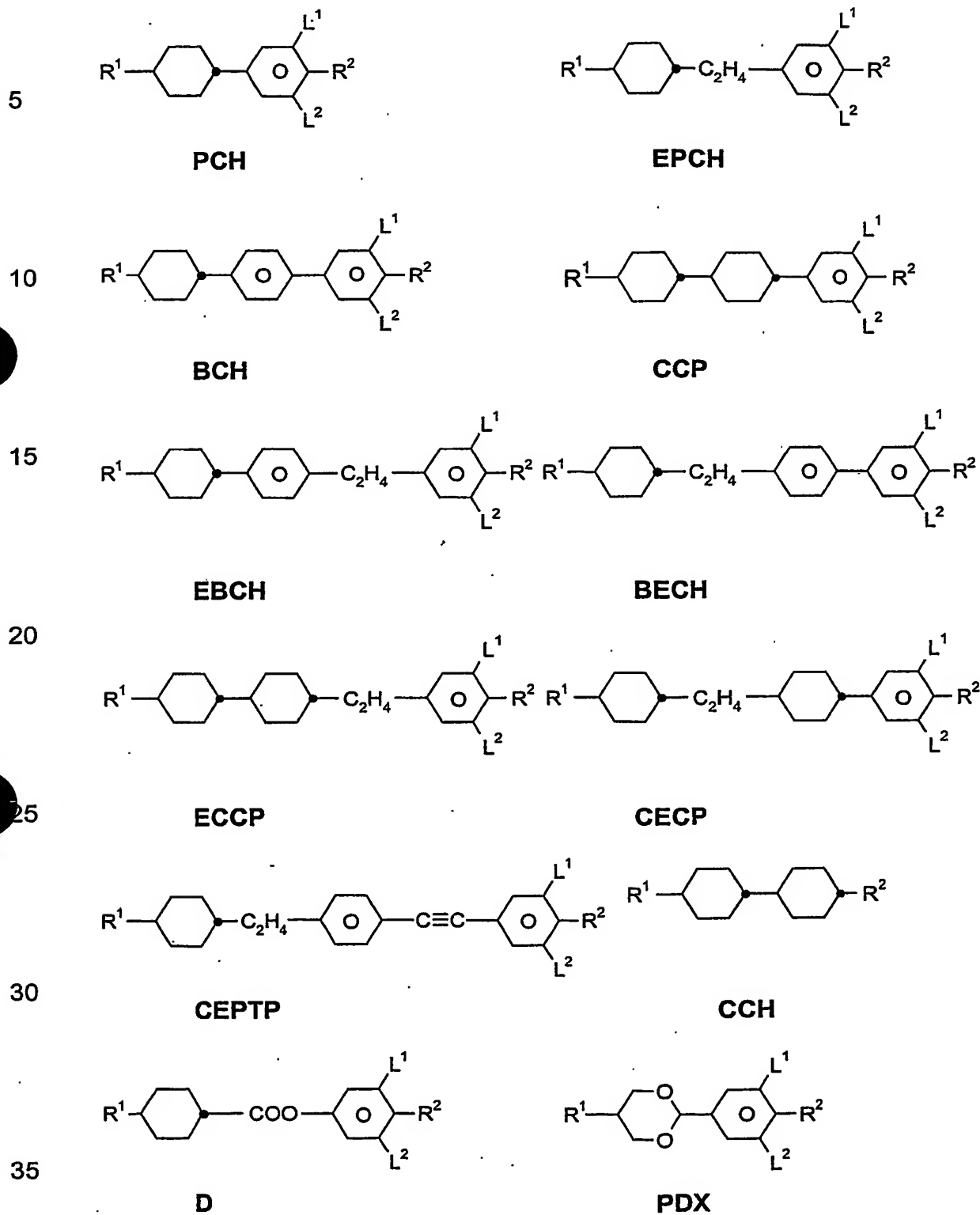
25

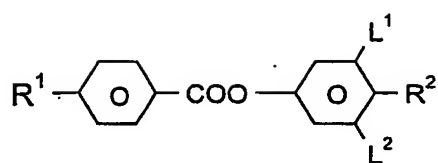
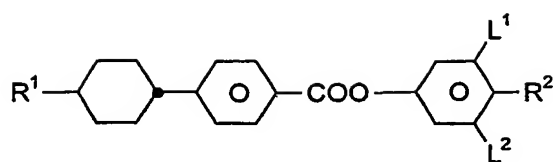
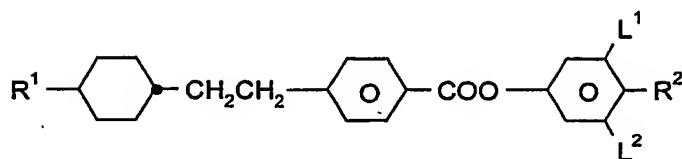
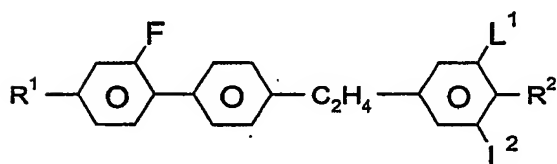
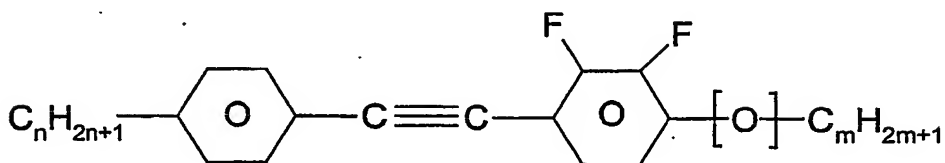
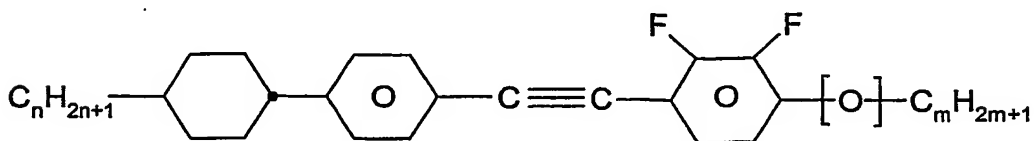
30

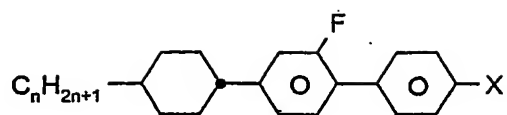
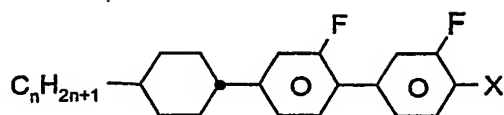
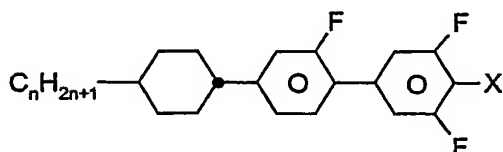
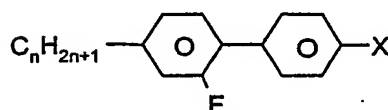
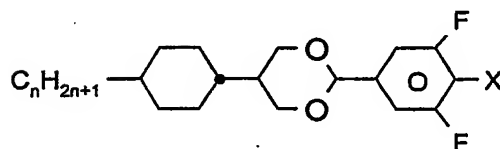
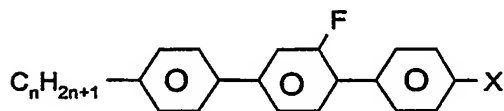
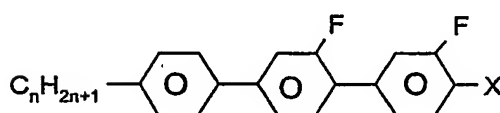
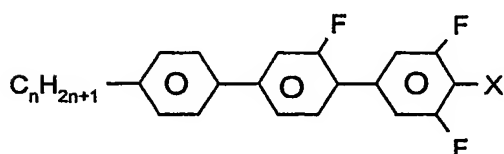
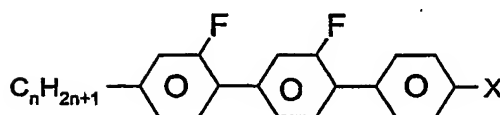
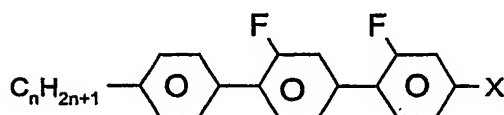
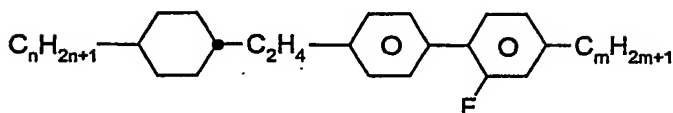
35

	Code für R <sup>1</sup> , R <sup>2</sup> , L <sup>1</sup> , L <sup>2</sup>	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	L <sup>1</sup>	L <sup>2</sup>
5	nm	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	C <sub>m</sub> H <sub>2m+1</sub>	H	H
	nOm	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OC <sub>m</sub> H <sub>2m+1</sub>	H	H
	nO.m	OC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	C <sub>m</sub> H <sub>2m+1</sub>	H	H
	n	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	CN	H	H
	nN.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	CN	F	H
10	nN.F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	CN	F	F
	nF	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	F	H	H
	nF.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	F	F	H
	nF.F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	F	F	F
	nOF	OC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	F	H	H
15	nCl	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Cl	H	H
	nCl.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Cl	F	H
	nCl.F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Cl	F	F
	nCF <sub>3</sub>	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	CF <sub>3</sub>	H	H
	nCF <sub>3</sub> .F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	CF <sub>3</sub>	F	H
20	nCF <sub>3</sub> .F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	CF <sub>3</sub>	F	F
	nOCF <sub>3</sub>	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OCF <sub>3</sub>	H	H
	nOCF <sub>3</sub> .F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OCF <sub>3</sub>	F	H
	nOCF <sub>3</sub> .F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OCF <sub>3</sub>	F	F
	nOCF <sub>2</sub>	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OCHF <sub>2</sub>	H	H
25	nOCF <sub>2</sub> .F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OCHF <sub>2</sub>	F	H
	nOCF <sub>2</sub> .F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	OCHF <sub>2</sub>	F	F
	nS	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	NCS	H	H
	nS.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	NCS	F	H
	nS.F.F	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	NCS	F	F
30	rVsN	C <sub>r</sub> H <sub>2r+1</sub> -CH=CH-C <sub>s</sub> H <sub>2s</sub>	CN	H	H
	rEsN	C <sub>r</sub> H <sub>2r+1</sub> -O-C <sub>s</sub> H <sub>2s</sub>	CN	H	H
	nAm	C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	COOC <sub>m</sub> H <sub>2m+1</sub>	H	H

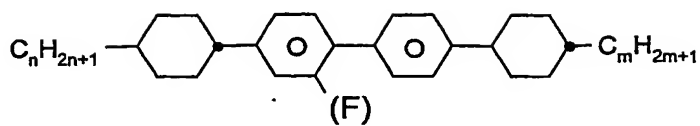


**Tabelle A:**

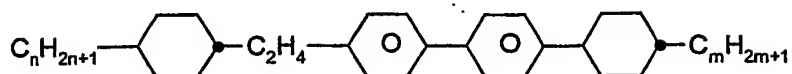
**ME****HP****EHP****FET****Tabelle B:****PTP-n[O]mFF****CPTP-n[O]mFF**

**CGP-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**CGG-n.FX**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**CGU-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**GP-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**CDU-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**PGP-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**PGG-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**PGU-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**GGP-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**PGIGI-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)**I-nm**

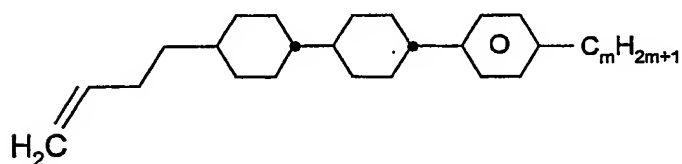
- 34 -

**CBC-nm(F)**

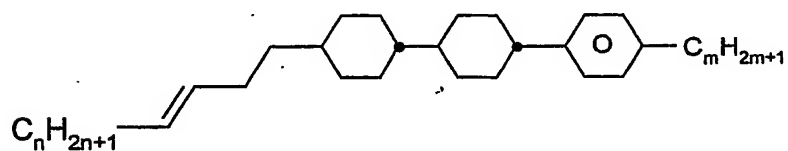
5

**ECBC-nm**

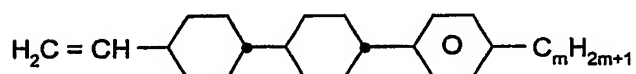
10

**CCP-V2-m**

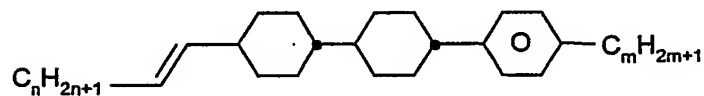
15

**CCP-nV2-m**

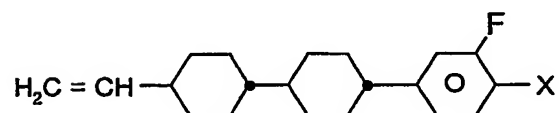
20

**CCP-V-m**

25

**CCP-nV-m**

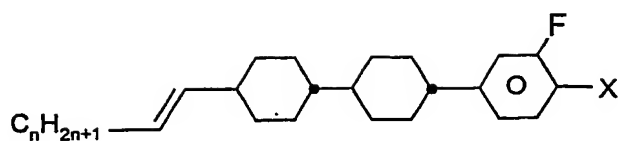
30

**CCG-V-X**

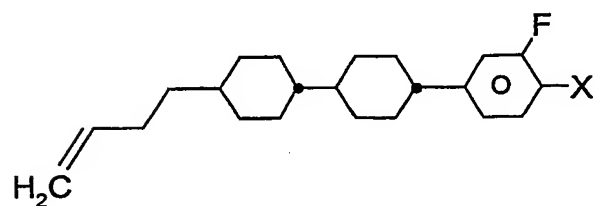
35

(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

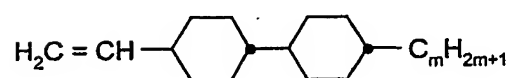
- 35 -



5

**CCG-nV-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

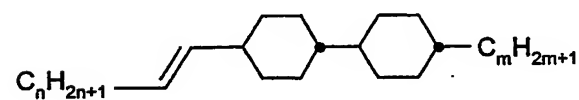
10

**CCG-V2-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

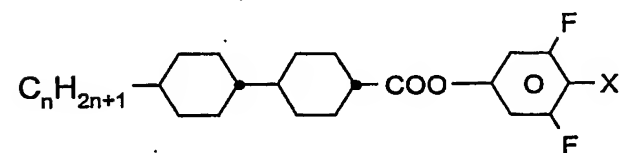
15

**CC-V-m**

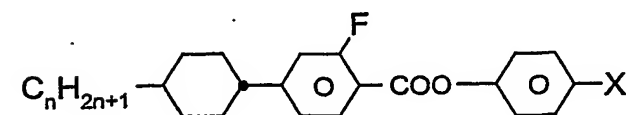
20

**CC-nV-m**

25

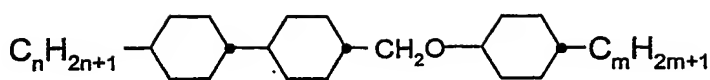
**CCZU-n-X**

30

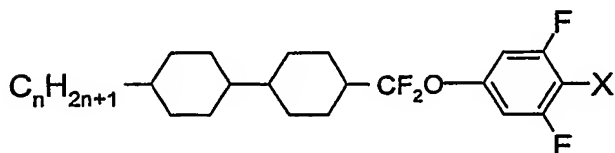
(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

35

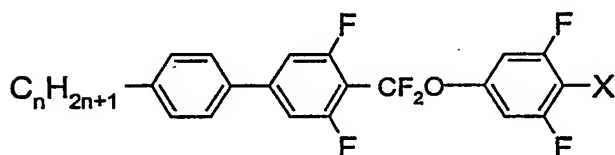
**CGZP-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

**CCOC-n-m**

5

**CCQU-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

10

**PUQU-n-X**(X = F, Cl, OCF<sub>3</sub>)

15

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert, ohne dadurch jedoch in irgendeiner Weise eingeschränkt zu werden.

20

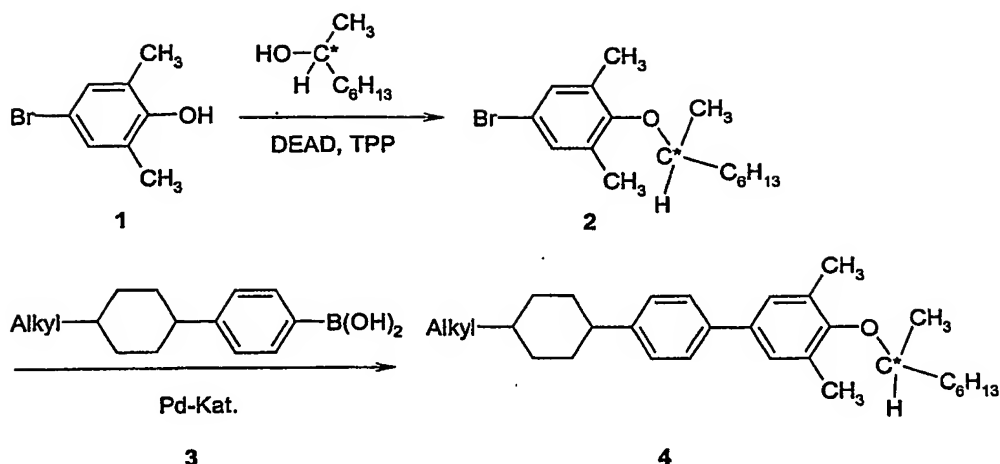
**Beispiel 1**

5,0 g (24,9 mmol) 4-Brom-2,6-dimethylphenol **1**, 5,0 ml 2-Octanol (31,5 mmol) und 8,0 g Triphenylphosphin (30,5 mmol) werden bei Raumtemperatur unter Rühren in 200 ml Tetrahydrofuran (THF) gelöst (Gelbfärbung). Anschließend werden 6,0 ml (30,9 mmol) Diisopropylazodicarboxylat zugetropft. Aufgrund der exothermen Reaktion steigt die Temperatur auf 35°C an. Um zu einem vollständigen Umsatz zu gelangen, werden 2 Stunden nachgerührt. Der Ansatz wird vollständig einrotiert und das erhaltene Rohprodukt mit 1-Chlorbutan über 1 l Kieselgel eluiert. Es wird das Produkt **2** erhalten.

25

30

35



7,1 g des Produktes 2 (22,7 mmol), 6,0 g der Verbindung 3 (24,4 mmol), 0,020 g Palladium(II)-acetat (47% Pd) (0,089 mmol), 0,06 g Triphenylphosphin (0,229 mmol), 50 ml Propanol, 15,0 ml 2N-Natriumcarbonat-Lösung und 10,0 ml Wasser werden zusammengegeben und über Nacht bei 80°C unter Rückfluß gekocht. Anschließend wird das Reaktionsgemisch mit Wasser verdünnt, MTB-Ether zugesetzt und die organische Phase abgetrennt. Die wässrige Phase wird zweimal mit MTB-Ether extrahiert. Die vereinigte organische Phase wird mit Wasser und mit NH<sub>4</sub>Cl-Lösung gewaschen, getrocknet, abgesaugt und eingeeengt. Man erhält 10,6 g eines schwarzen Öls, das mit 1-Chlorbutan über 1 l Kieselgel eluiert wird. Daraus resultiert 10 g eines klaren Öls, das mit 1-Chlorbutan/Heptan über 3 l Kieselgel eluiert wird. Man erhält eine viskose klare Flüssigkeit, die aus 1:25 i-Propanol bei -5°C umkristallisiert wird. Daraus resultiert eine hoch viskose Flüssigkeit 4.

15

20

25

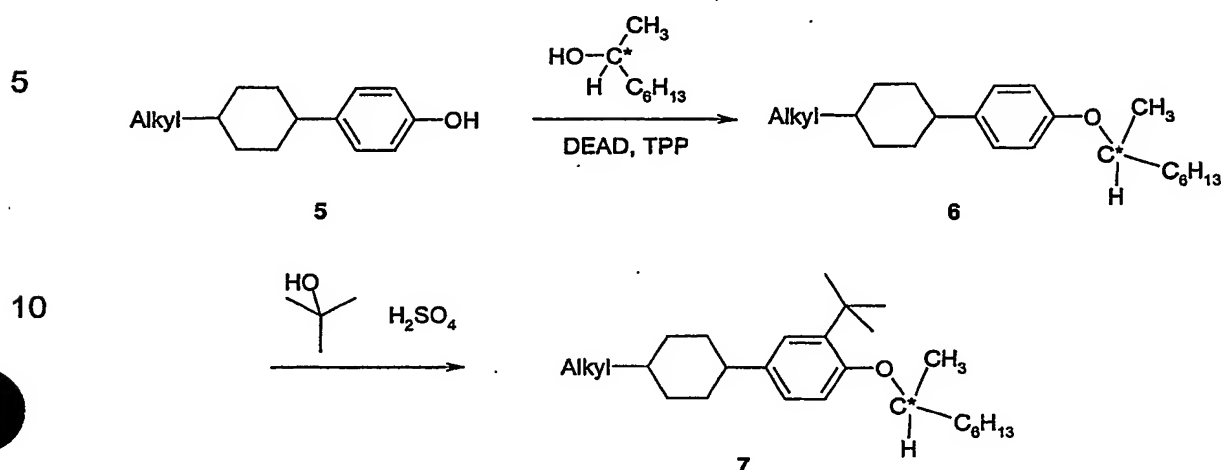
### Beispiel 2

20,0 g des Produktes 5 (91,6 mmol), 15,28 ml 2-Octanol (96,18 mmol) und 25,23 g Triphenylphosphin (96,18 mmol) werden bei Raumtemperatur unter Rühren und Stickstoffatmosphäre in 220 ml Tetrahydrofuran (THF) gelöst (Gelbfärbung). Anschließend werden 19,45 g Diisopropylazodicarboxylat (96,18 mmol) zugetropft. Aufgrund der exothermen Reaktion steigt die Temperatur auf 51°C an. Um zu einem möglichst vollständigen Umsatz zu gelangen, wird der Ansatz über Nacht bei Raumtemperatur nachgerührt. Danach wird der Ansatz vollständig

30

35

einrotiert und das erhaltene Rohprodukt mit Heptan/Dichlormethan (1:1) über 2 l Kieselgel eluiert. Es wird das Produkt 6 erhalten.



5,0 g des Produktes 6 (15,04 mmol) werden in 2,86 g tert.-Butanol (30,07 mmol) gelöst und unter intensivem Rühren in 9,62 ml 95 bis 97%ige Schwefelsäure (180,42 mmol) eingebracht. Nach 30 Minuten Rühren wird das Reaktionsgemisch mit viel Wasser versetzt und zweimal mit MTB-Ether extrahiert. Die vereinigten organischen Phasen werden mit Wasser gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet, filtriert und einrotiert. Man erhält das Rohprodukt, das zweimal mit Heptan über 1 l Kieselgel eluiert wird. Daraus resultiert das Produkt 7.

### Beispiel 3

Zu einer flüssigkristallinen Basismischung der folgenden Zusammensetzung:

30	PCH-5F	10,0
	PCH-6F	8,0
	PCH-7F	6,0
	CCP-2OCF <sub>3</sub>	8,0
	CCP-3OCF <sub>3</sub>	12,0
35	CCP-4OCF <sub>3</sub>	7,0
	CCP-5OCF <sub>3</sub>	11,0
	BCH-3F.F	12,0



	BCH-5F.F	10,0
	ECCP-3OCF3	5,0
	ECCP-5OCF3	5,0
	CBC-33F	2,0
5	CBC-52F	2,0
	CBC-55F	2,0

10 wird 1,0 Gew.-% des Produktes 4 des Beispiels 1 hinzugegeben und die Drehkraft HTP der Zusammensetzung bestimmt. Sie weist eine Drehkraft HTP von -15,4 auf.

15 Im Vergleich dazu liefert die entsprechende Verbindung, die anstelle der beiden Methylgruppen mit Fluoratomen substituiert ist, lediglich eine Drehkraft HTP von -9,37 auf.

#### Beispiel 4

20 Zu der flüssigkristallinen Basismischung des Beispiels 3 wird 1,0 Gew.-% des Produktes 7 des Beispiels 2 hinzugegeben und die Drehkraft HTP der Zusammensetzung bestimmt. Sie weist eine Drehkraft HTP von -7,2 auf.

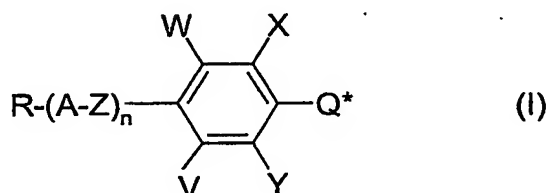
25 Im Vergleich dazu liefert die entsprechende Verbindung, die anstelle der tert.-Butylgruppe unsubstituiert ist, lediglich eine Drehkraft HTP von -1,36 auf.

30

35

# **Patentansprüche**

1. Chiraler Dotierstoff mit lateral alkyliertem Phenylbaustein der allgemeinen Formel I:



worin:

Q\*: ein Baustein mit asymmetrischem C-Atom,

R: -H, einen unsubstituierten oder einen mindestens einfach durch Halogen substituierten Alkyl- oder Alkenylrest mit 1 bis 12 C-Atomen, worin auch eine oder mehrere nicht benachbarte -CH<sub>2</sub>- Gruppen durch -O- oder -S- und/oder -C≡C- ersetzt sein können, sowie F oder Cl,

A: unabhängig voneinander eine Einfachbindung, 1,4-Phenylen, worin auch ein oder mehrere H-Atome gegen F ersetzt sein können, 1,4-Cyclohexylen, worin auch eine oder zwei CH<sub>2</sub>-Gruppen durch -O- ersetzt sein können, oder 1,4-Bicyclo(2.2.2)octanyl,

Z: unabhängig voneinander eine Einfachbindung, -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-, -O-CH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>-O-, -CF<sub>2</sub>-O-, -O-CF<sub>2</sub>-, -CF<sub>2</sub>-CF<sub>2</sub>- oder -C≡C-,

V, W: unabhängig voneinander, lineares oder verzweigtes, unsubstituiertes oder einfach bzw. mehrfach durch Halogen substituiertes Alkyl oder Alkyloxy mit 1 bis 12 C-Atomen, H, F oder Cl,

X, Y: unabhängig voneinander, lineares oder verzweigtes, unsubstituiertes oder einfach bzw. mehrfach durch Halogen

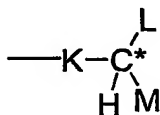
substituiertes Alkyl oder Alkyloxy mit o bzw. p C-Atomen, wobei o bzw. p unabhängig voneinander, gleich oder verschieden, ganze Zahlen im Bereich von 1 bis 12 sind, H, F, Cl, wobei im Falle von H, F und Cl o bzw. p = 0 ist, oder Trimethylsilyl, und

n: 1 bis 3

bedeuten,

mit der Maßgabe, dass X und/oder Y entweder ein unsubstituierter oder ein Halogen substituierter Alkyl- oder Alkyloxyrest mit o bzw. p C-Atomen, wobei die Summe o + p  $\geq 2$  ist, oder ein Trimethylsilylrest ist.

2. Chiraler Dotierstoff gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass er als Baustein Q\* mit asymmetrischem C-Atom die folgende Struktur



aufweist,

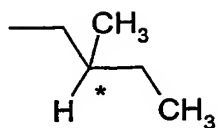
worin:

K: -CH<sub>2</sub>-, -O-, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -OCH<sub>2</sub>-, -CH<sub>2</sub>O-, -OCF<sub>2</sub>-, -CF<sub>2</sub>O-, -C $\equiv$ C-, -CH=CH- oder eine Einfachbindung, und

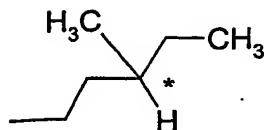
L, M: Alkyl, Cycloalkyl, O-Alkyl, Alkenyl, Alkynyl oder Aryl, bedeuten, wobei L ungleich M sein muss.

3. Chiraler Dotierstoff gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass er als Baustein Q\* mit asymmetrischem C-Atom eine der folgenden Strukturen

- 42 -

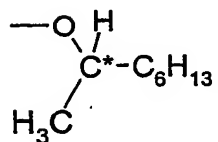


(h)

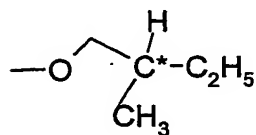


(i)

5



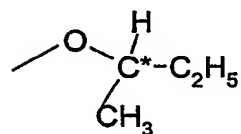
(m)



(r)

10

oder



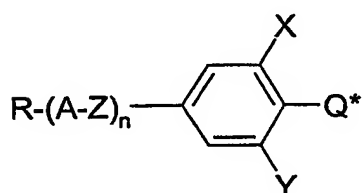
(s)

aufweist.

15

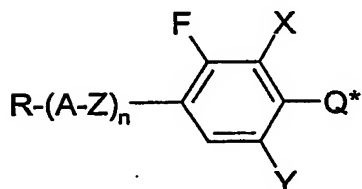
4. Chiraler Dotierstoff gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass er einen der folgenden Grundkörper aufweist:

20



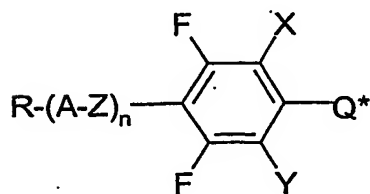
(Ia)

25



(Ib)

30



(Ic)

35

5. Verwendung von mindestens einem chiralen Dotierstoff gemäß mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche in flüssigkristallinen Mischungen.

5 6. Flüssigkristalline Mischung enthaltend mindestens einen chiralen Dotierstoff gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4.

7. Elektrooptisches Anzeigeelement enthaltend eine flüssigkristalline Mischung gemäß Anspruch 6.

10

15

20

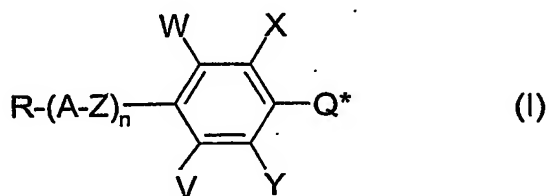
25

30

35

### Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft chirale Dotierstoffe mit lateral alkyliertem Phenylbaustein der allgemeinen Formel I:



10

15

20

25

30

35

worin Q\*, R, A, Z, V, W, X, Y und n die in Anspruch 1 angegebene Bedeutung aufweisen, ihre Verwendung als Komponenten in flüssigkristallinen Mischungen sowie Flüssigkristall- und elektrooptische Anzeigeelemente, die die erfindungsgemäßen flüssigkristallinen Mischungen enthalten.